

SÍNTESE E COMPORTAMENTO TÉRMICO DE NOVOS MATERIAIS (SiO₂/Al₂O₃/WO₃ E SiO₂/WO₃) OBTIDOS PELO PROCESSO SOL-GEL

Pedro Henrique Araújo Duarte¹ (PG), José Márcio Siqueira Junior² (PQ)*, Francisco Manoel dos Santos Garrido¹ (PQ), Júlio Carlos Afonso¹ (PQ), Emerson S. Ribeiro¹ (PQ). emersonsr@iq.ufrj.br

¹Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Instituto de Química, 21941-909 Rio de Janeiro-RJ, Brasil.

²Universidade Federal Fluminense (UFF), Instituto de Química, 24020-150 Niterói-RJ, Brasil

Palavras Chave: Processo Sol-gel, SiO₂/Al₂O₃/WO₃, SiO₂/WO₃, análise térmica, Raman, método Rietveld.

Abstract

SYNTHESIS AND THERMAL BEHAVIOR OF NEW MATERIALS (SiO₂/Al₂O₃/SiO₂ and SiO₂/WO₃) OBTAINED BY SOL-GEL PROCESS.

Materials with high surface area were obtained. Heating these materials results in the formation of WO₃ and Al₂(WO₄)₃.

Introdução

Óxido de Tungstênio (VI), (WO₃) é um óxido semicondutor (tipo n) com band-gap de 2,5-2,8 eV. Recentemente, investigações de WO₃ têm focado na sua aplicação como um fotocatalisador por causa de seu band-gap ser relativamente estreito (menor que 3,0 eV). Esta situação permite a utilização do WO₃ como um eco-material nas áreas de armazenamento de energia e remediação ambiental [1-2]. De acordo com a literatura, os óxidos mistos aliam as propriedades mecânicas da sílica com as propriedades dos óxidos metálicos. Esses materiais geralmente apresentam os óxidos metálicos altamente dispersos na matriz de sílica [3]. Com base no exposto acima, o objetivo deste trabalho, consiste na síntese dos óxidos mistos SiO₂/Al₂O₃/WO₃ (SiAIW) e SiO₂/WO₃ (SiW) pelo processo sol-gel, assim como, no estudo do comportamento térmico destes materiais.

Resultados e Discussão

Os materiais SiO₂/Al₂O₃/WO₃ (SiAIW) e SiO₂/WO₃ (SiW) foram preparados pelo processo sol-gel utilizando tetraetilortosilicato (TEOS, 98%); etanol; tungstato de sódio; isopropóxido de alumínio 98%, pré-dissolvido em ácido trifluoroacético e ácido clorídrico (HCl), como catalisador. Os resultados de FRX mostraram que o material SiAIW apresenta 18,5% (m/m) de WO₃ e 8,8% de Al₂O₃; enquanto o material SiW apresenta 12,4% de WO₃. Os espectros IV apresentaram bandas típicas de materiais à base de sílica, com um ombro em 956 cm⁻¹, atribuído ao estiramento da ligação Si-OH ou da ligação Si-O-W. Os materiais apresentaram área superficial específica de 405 e 711 m²g⁻¹ (respectivamente para SiAIW e SiW). A estabilidade térmica dos materiais foi analisada por termogravimetria. Constataram-se perdas de massa por dessorção de água entre 100 e 300°C e também por remoção de água estrutural após esta temperatura. Observou-se uma perda de massa de

cerca de 30%, em ambos os materiais. As análises de DRX, para os materiais aquecidos, mostraram baixa cristalinidade até 200°C e após a temperatura de 400 °C houve o aparecimento da fase WO₃, para a amostra SiW, e das fases WO₃ e Al₂(WO₄)₃ para a amostra SiAIW (Figura 1).

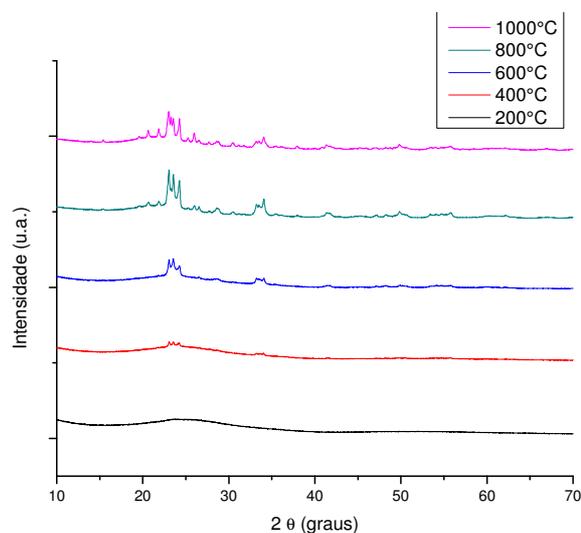


Figura 1. DRX do material SiAIW na evolução térmica.

A espectroscopia Raman confirmou a presença da fase WO₃ para a amostra SiW/1000. Através da simulação dos DRX das amostras aquecidas a 1000°C, utilizando-se uma função pseudo Voight, foi calculada a diferença no teor de material cristalino e amorfo. Para a amostra SiAIW/1000 40% do material é cristalino, enquanto que, 60% do material é cristalino para a amostra SiW/1000.

Conclusões

Foram obtidos materiais com alta área superficial específica. O aquecimento destes materiais acima de 400°C resulta na formação de WO₃, para a amostra SiW, e na mistura de fases WO₃/Al₂(WO₄)₃, para a amostra SiAIW.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPERJ, LAME-UFF, LDRX-UFF

¹ C. G. Solis, D. S. Martinez, I. J. Ramirez, A. M. Cruz, L. M. T. Martinez. *J. Photochem. Photobiology A: Chem.* 262 (2013) 28–33.

² Y. Shen, P. Yan, Y. Yang, F. Hu, Y. Xiao, L. Pan, Z. Li. *J. Alloys and Compounds* 629 (2015) 27–31.

³ Garrido, F. M. S.; Medeiros, R. F.; Nogueira, N. O. B.; Peres, R. C. D.; Ribeiro, E. S.; Medeiros, M. E. *Matéria*, 2013, 18, 1294-1305.